

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-143500  
(43)Date of publication of application : 03.06.1997

(51)Int.CI. C11D 17/06  
C11D 1/28

(21)Application number : 08-267894 (71)Applicant : LION CORP  
(22)Date of filing : 18.09.1996 (72)Inventor : TANAKA HITOSHI  
IKEDA EISAKU  
OOWAKU YOSHIARI  
KUBO TOMOKI

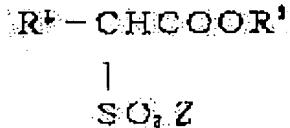
(30)Priority  
Priority number : 07263562 Priority date : 18.09.1995 Priority country : JP

## (54) PRODUCTION OF GRANULAR DETERGENT HAVING HIGH BULK DENSITY

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for simply producing a granular detergent excellent in solubility, appearance and resistance to hydrolysis and useful for cleaning clothes, capable of saving energy because spray-driving method is not used by directly kneading a specific surfactant-containing condensate with the other detergent component at a specific ratio and pulverizing the kneaded material.

SOLUTION: (A) An  $\alpha$ -sulfofatty acid alkylester salt-containing condensate having  $\leq 10$ wt.% water content [e.g. obtained by concentrating an aqueous solution containing  $\alpha$ -sulfofatty acid alkylester salt such as a compound of the formula (R is an alkyl or an alkenyl; R<sub>2</sub> is a lower alkyl; Z is a group forming a salt such as sodium) to 10-19wt.% and concentrating the treated aqueous solution to  $\leq 10$ wt.% by a vacuum rotation thin film evaporator] in an amount of 10-40wt.% is directly kneaded with (B) 60-90wt.% other detergent component (e.g. nonionic surfactant) so that the total amount of the components A and B becomes 100wt.% and the kneaded material is pulverized.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 04.04.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-143500

(43) 公開日 平成9年(1997)6月3日

(51) Int.Cl.<sup>o</sup>  
C 11 D 17/06  
1/28

識別記号

府内整理番号

F I  
C 11 D 17/06  
1/28

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数2 FD (全9頁)

(21) 出願番号 特願平8-267894

(22) 出願日 平成8年(1996)9月18日

(31) 優先権主張番号 特願平7-263562

(32) 優先日 平7(1995)9月18日

(33) 優先権主張国 日本 (JP)

(71) 出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者 田中 齊

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 池田 栄作

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 大和久 善有

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 白村 文男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高嵩密度粒状洗剤の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 噴霧乾燥法を用いることなくとも製造できるので省エネ化し、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物を直接捏和工程に投入してプロセス全体を簡素化する。 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物が洗剤粒子中でバインダーとして働き、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩を均一混合し、得られる洗剤粒子の溶解性を改善する。低水分の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物を使用して、アルカリとの接触による粉体外観の劣化および加水分解を防止する。

【解決手段】 捺和、粉碎を行なって得られる洗剤粒子を100重量%としたとき、(A) 水分10重量%以下の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物: 10~40重量% (B) その他の洗剤成分: 60~90重量%を直接捏和した後、粉碎して洗剤粒子とする高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 捺和、粉碎を行なって得られる洗剤粒子を100重量%としたとき、

(A) 水分10重量%以下の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物：10～40重量%

(B) その他の洗剤成分：60～90重量%を直接捏和した後、粉碎して洗剤粒子とすることを特徴とする高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

【請求項2】  $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有水溶液を10～19重量%に濃縮した後、真空回転薄膜蒸発機を用いて、10重量%以下の濃縮物を得る請求項1に記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、溶解性・粉体外観に優れ、しかも $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩の加水分解を抑制できる高嵩密度粒状洗剤の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、衣料用洗剤は、少ない洗剤使用量で洗浄可能で、しかも輸送性、保管性、陳列性等の面でも優れている高嵩密度洗剤組成物の使用へと移行している。また、界面活性剤の中でも、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩（以下、 $\alpha$ -SFと略記する場合もある）は、天然原料から誘導され、洗浄能力、特に耐硬水性に優れた界面活性剤として知られており、これを配合した高嵩密度洗剤組成物が特開昭62-199695号公報、特開昭64-60695号公報、特開昭64-60696号公報、特開平3-35098号公報、特開平6-6097号公報等に報告されている。

【0003】 高嵩密度洗剤組成物を製造する方法としては種々の方法が知られており、例えば特開昭61-69900号公報、同61-69899号公報には、洗剤の噴霧乾燥粒子を、横型ミキサー内で造粒または圧密成形後に粉碎を行なうことが提案されている。しかし、この製法は、界面活性剤濃厚スラリーを噴霧乾燥する工程を含み、省エネ的であるとは言えない。また、特開平4-81500号公報には、界面活性剤を少なくとも50%以上の濃度で含む界面活性剤ペーストからドウを形成し、ドウを冷却後に造粒して高嵩密度洗剤とする製法が報告されている。しかしながら、この方法はドウを冷却するためプロセスが煩雑となり生産性が十分ではない。

【0004】 さらに、特開平6-128596号公報には、界面活性剤およびアルカリビルダーを混合して粉体化合物を得た後、ゼオライト等と共に攪拌造粒を行なう製法が記載されているが、この製法では造粒工程が2段に必要となり、工程が煩雑である。また、前述の通り $\alpha$ -SFは優れた界面活性剤であるが、洗剤製造後の保存時に加水分解を受けやすく、そのために有効成分量が減少するという問題点を有していた。

【0005】  $\alpha$ -SFは比較的低濃度で高い洗浄力を有する活性剤として高嵩密度の衣料用粒状洗剤に広く用いられて来ている。そして粒状洗剤の一層のコンパクト化が進むに連れ、この $\alpha$ -SFの特徴を最大限利用する為に洗剤中の含有量を多くする傾向がある。しかし、従来の噴霧乾燥法で $\alpha$ -SFを大量に含む洗剤スラリーを乾燥すると、 $\alpha$ -SFの付着性が強いために塔内で凝集が発生し、乾燥効率が大幅に低下し生産が困難になる。また、 $\alpha$ -SFの加熱処理方法については、以下のような従来技術があるが、それぞれ欠点を具えており十分なものとは言えない。

【0006】 (1) 特開昭51-416675号公報：界面活性剤水溶液を沸点から200°Cまでの範囲で加熱し、薄膜蒸発機にフラッシュ導入して濃縮する。本方式は実質的に本発明の予備濃縮を含むが、予備濃縮後の明確な水分が規定されていない。

(2) 特開平5-331496号公報：固形分濃度60～80%のアニオン界面活性剤水スラリーを薄膜蒸発機で乾燥、搔き取って粉粒化する。真空薄膜蒸発機内に導入時に水分20%以上であるため、大きな乾燥能力が必要となる。

(3) 特公平8-16237号公報：水分20～35%のペースト原料を真空薄膜蒸発機内で乾燥しフレーク状乾燥物を得る。真空薄膜蒸発機内に導入時に水分20%以上であるため、大きな乾燥能力が必要となる。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、 $\alpha$ -SF含有洗剤において省エネプロセスが可能であり、しかも、粉体外観外観の向上・加水分解の防止が可能で、かつ溶解性に優れた高嵩密度洗剤組成物が得られる製造方法を提供するものである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明の高嵩密度洗剤組成物の製造方法は、捏和、粉碎を行なって得られる洗剤粒子を100重量%としたとき、

(A) 水分10重量%以下の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物：10～40重量%

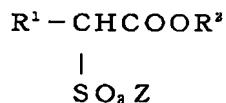
(B) その他の洗剤成分：60～90重量%を直接捏和した後、粉碎して洗剤粒子とすることを特徴とする。

## 【0009】

【発明の実施の形態】 本発明では、(A)  $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物と(B) その他の洗剤成分とを直接捏和した後、粉碎して高嵩密度洗剤粒子とすることで、工程的に簡素化されている。また、一旦噴霧乾燥品を製造することなく直接ニーダー等に(A)  $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物と(B) その他の洗剤成分を投入するので、噴霧乾燥工程が不要となり、省エネ化が実現できる。

【0010】 本発明では、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩は、典型的に下記化1で表される。

## 【化1】



(R<sup>1</sup> : アルキル基またはアルケニル基)

R<sup>2</sup> : 低級アルキル基

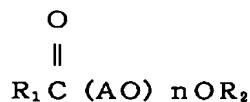
Z : ナトリウム等の塩形成基)

【0011】 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩は、例えば特開平4-359098号公報に記載された方法により、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステルをスルホン化し、必要に応じて熟成、漂白を行った後、中和することにより得られる。 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の脂肪酸残基 (R<sup>1</sup>CO) の炭素数は8~22が好適であり、好ましくは12~18である。低級アルキル基 (R<sup>2</sup>) の炭素数は1~6が好適であり、好ましくは1~3である。そして、本発明ではこの中和物を濃縮して、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩中の水分量を10重量%以下、好ましくは2~8重量%の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物として捏和工程に投入する。上記水分量が10重量%を超えると得られる洗剤粒子の粉体白度および溶解性が低下し、また、製造工程で一緒に捏和されるアルカリ成分のため $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩が加水分解を起こす。さらに、非イオン界面活性剤を $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物中に添加することで、溶解性がより向上する。また、アニオン界面活性剤を配合することもでき、溶解改善のために必要に応じて、炭酸カリウム、硫酸カリウム等の他成分を添加することもできる。

【0012】(A) 成分の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物中に添加、配合される非イオン界面活性剤の具体例としては例えば以下のものが挙げられる。

(1) 以下の化2で示される脂肪酸ポリオキシアルキレンアルキルエーテル。

## 【化2】



(R<sub>1</sub>CO : 炭素数6~20の飽和または不飽和の脂肪酸残基)

AO : 炭素数2~4のオキシアルキレン基あるいはそれらの混合したオキシアレキシン基

n : オキシアルキレンの平均付加モル数を示し、3~30(ランダム、ブロック付加したものを含む)

R<sub>2</sub> : 炭素数1~5の低級アルキル基)

【0013】(2) 飽和または不飽和の直鎖または分岐鎖のアルコールの炭素鎖長8~18、オキシエチレンの平均付加モル数3~30のポリオキシエチレンアルキルエーテル。

(3) 飽和または不飽和の直鎖または分岐鎖のアルコ-

ルの炭素鎖長8~18、オキシエチレンの平均付加モル数3~30、オキシプロピレンの平均付加モル数2~30のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル。

【0014】この非イオン界面活性剤配合量としては、

(A)  $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液中へ添加配合する場合、その配合量は0.1~10重量%が好適であり、好ましくは0.1~5重量%である。この添加量が10重量%を超えると著しく製品粉体物性が悪くなる。なお、この添加量および後述アニオン界面活性剤の添加量は、捏和粉碎を行なって得られる洗剤粒子を100重量%とした時の数値である。

【0015】(A) 成分の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物中に添加、配合されるアニオン界面活性剤の具体例としては、硫酸塩、スルホン酸塩、リン酸塩等があり、以下のものが例示できる。

1) 平均炭素数10~20の $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、

2) 平均炭素数10~20のアルキル硫酸塩、

3) 平均炭素数10~20の直鎖または分岐鎖のアルキル基もしくはアルケニル基を有し、平均0.5~8モルのエチレンオキサイドを付加したアルキルエーテル硫酸塩またはアルケニルエーテル硫酸塩、

4) 平均炭素数8~22の脂肪酸低級アルキル(C<sub>1</sub>~C<sub>3</sub>)エステルのスルホン酸塩、

5) 平均炭素数10~22の飽和または不飽和脂肪酸塩。

これらの陰イオン界面活性剤における対イオンとしては、通常ナトリウムやカリウムなどのアルカリ金属塩が適当である。

【0016】これらのアニオン界面活性剤を(A)  $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩濃縮物中への配合する場合、その配合量は、0.1~10重量%が好適であり、好ましくは1~8重量%である。配合量がこの範囲から逸脱すると、溶解性が著しく低下する。(B) 成分の他の洗剤成分としては、通常の洗剤成分、例えば、アニオン、非イオン等の界面活性剤、ゼオライト、トリポリリン酸ナトリウムやピロリン酸ナトリウムのような無機ビルダー、クエン酸ナトリウム、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸塩、ポリアクリル酸ナトリウム、アクリル酸ナトリウム-無水マレイン酸ナトリウム共重合物、ポリアセタールカルボキシレート等のカルシウム捕捉ビルダー、炭酸塩、珪酸塩等のアルカリビルダー、カルボキシメチルセルロース、ポリエチレングリコール等の再汚染防止剤、プロテアーゼ、リバーゼ、セルラーゼ、アミラーゼ等の酵素、蛍光剤、香料、色素等を使用することができる。

【0017】本発明では、上述の(A)  $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物: 10~40重量% (好ましくは15~25重量%) と(B) その他の洗剤

成分：60～90重量%（好ましくは65～85重量%）とを直接ニーダー等で捏和した後、粉碎造粒（破碎造粒）する。（A）成分と（B）成分との上記混合比率において、（A）成分が過多となると捏和物性が悪くなり、粉体外観も悪くなる。一方、（B）成分が過多となると洗浄力が低下する。また、粉碎に際しては、微粉状炭酸ナトリウム、ゼオライトなどの粉碎助剤を添加してもよい。得られた洗剤粒子はそのまま、あるいはゼオライト等の流動性改良剤、洗剤用酵素、漂白剤、漂白活性化剤などを粉体混合して高嵩密度洗剤組成物とすることができます。

【0018】造粒方法としてはKRCニーダー（栗本鉄工所製）・バッチ式ニーダー（縦型ニーダー：ダルトン社製）等があげられ、粉碎機はフィットミル（ホソカワミクロン社製）・スピードミル（岡田精工社製）等があげられる。粉碎の際に粉碎助剤を用いる事でより効率的に粉碎できる。この助剤の種類としては平均粒径20μm以下の無機粒子が好ましく、ゼオライト・炭酸ナトリウム・ホワイトカーボン等が用いられ、助剤量は製品100重量%に対して1～20重量%が好ましく2～10重量%がより好ましい。この量より多いと著しく粉体物性が悪くなり、少ないと効果が現れない。この後流動改質剤として平均粒径10μm以下の粉体ゼオライト等の無機化合物を添加することも可能である。更に洗浄性向上剤であるキレートビルダー、酵素等を粉体ブレンドすることも可能である。ここで用いるキレードビルダーとしては粉体ゼオライト、層状シリケート、マレイン酸-アクリル酸ナトリウムの共重合体、β-アラニジン酢酸ナトリウム等があげられる。発塵抑制の為に非イオン界面活性剤又はその水溶液等の噴霧や賦香の為の香料の噴霧等の処理を行うこともできる。

【0019】 $\alpha$ -SFの効率的な濃縮方法を開発することを目的に、基礎データーとして $\alpha$ -SF含有水溶液の蒸発挙動を調べたところ水分10～19%の範囲内で恒率乾燥速度領域から減率乾燥速度領域に変化する領域（組成による）があり、蒸発能力が $\alpha$ -SFにおいては極端に変化する現象があることがわかった。即ち、この水分が蒸発しやすい領域（恒率乾燥領域）では装置上消費動力の少ない真空フラッシュ蒸発等により十分な蒸発が可能であるため、濃縮を行い、そしてその後約10%以下の低水分域は、減率乾燥領域であるためフラッシュ蒸発法のみで蒸発が困難となるので、強制的に表面攪拌を行う回転薄膜蒸発機等を用いる事が好ましく、この組み合わせが消費動力・回転薄膜蒸発機の装置規模を小さくするなどの点から効率的であることがわかった。

【0020】20%以上のスラリーを10から19%に濃縮する装置及び方法は、常圧で設定真空化での沸点以上にスラリーを加熱し、設定真空度にした蒸発缶でフラッシュ蒸発を行う方法が好適に用いられ、装置としては、フラッシュ蒸発機等がある。蒸発缶を別に設けるこ

となく、薄膜蒸発機に原料が導入される配管内でフラッシュを起こさせ気液混相流として薄膜蒸発機内にいれる「配管内濃縮方法」も効率的である。10%以下のSF含有濃縮物を得る為の装置及び方法は、界面活性剤の熱劣化を抑制しつつ効率的な水分蒸発を行うために真空薄膜蒸発機（エバオレーター：桜製作所製・エクゼバ：神鋼パンテックス社製・コントロドライヤー：日立製作所製等）が好適に用いられる。また、噴霧乾燥品粒子を使用してSF濃縮物とダイレクトに捏和・粉碎することで低温における製品の溶解性が良いことがわかった。

#### 【0021】

【発明の効果】本発明によれば、噴霧乾燥法を用いることなく製造できるので省エネ化でき、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物を直接捏和工程に投入できるのでプロセス全体として簡素化される。また、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物が洗剤粒子内でバインダーとして働き、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩を均一混合できるため、得られる洗剤粒子は溶解性に優れる。さらに低水分の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有濃縮物を使用するため、アルカリとの接触による粉体外観の劣化および加水分解を防止できる。さらに、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩水溶液を10～19重量%に濃縮した後、真空回転薄膜蒸発機を用いて10重量%以下の濃縮物を得る方法が、装置規模を小さくして効率的である。

【0022】また、本発明の特徴的な構成としては、以下のものを挙げることができる。

（1）請求項1の（A）の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有水溶液中に少なくとも1種の非イオン界面活性剤が、洗剤粒子を100重量%としたときに0.1～10重量%含まれている請求項1に記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

（2）請求項1の（A）の $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩中に、少なくとも1種以上の非イオン界面活性剤が0.1～10重量%と、少なくとも1種のアニオン界面活性剤が含まれている請求項1に記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

（3） $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステル塩含有水溶液を10～19重量%に濃縮した後、真空回転薄膜蒸発機を用いて10重量%以下の濃縮物を得る請求項1に記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

（4）噴霧乾燥法を用いることなく製造できる請求項1または2に記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

（5）その他の洗剤成分として、噴霧乾燥粒子を含む請求項1または2に記載の高嵩密度粒状洗剤の製造方法。

#### 【0023】

##### 【実施例】

###### 実施例1

下記表1の組成をKRCニーダー（（株）栗本鉄工所）を用いて60°Cで捏和した後、ペレッターで成型した。

粉碎助剤として微粉状炭酸ナトリウム（粒径 15  $\mu\text{m}$ ）を 8.0 wt % 添加後、粉碎を行い、流動性改良剤としてゼオライト 2.0 wt % コーティングし、平均粒径 50  $\mu\text{m}$ 、嵩密度 0.80 g/cc の高嵩密度粒状洗剤

を製造した。評価結果を組成、性状とともに表 5 に示す。

【O O 2 4】

【表 1】

表 1 : 捏和組成

(A) 成分:

$\alpha$ -SF 含有濃縮物 (水分=3.6%)\*1 18.0wt%

(B) 成分:

炭酸カリウム 6.0wt%

炭酸ナトリウム 25.0wt%

粉体ゼオライト 38.0wt%

亜硫酸ナトリウム 1.5wt%

蛍光剤 0.5wt%

ノニオン\*2 1.0wt%

合 計 90.0wt%

\* 1)  $\alpha$ -SF :  $\alpha$ -スルホ脂肪酸 (C=16~18) メチルエステルナトリウム塩

\* 2) ノニオン: ポリオキシエチレンアルキル (C=13) エーテル (エチレンオキシドの平均付加モル数 EOP = 25)

【O O 2 5】 実施例 2

下記表 2 の組成を KRC ニーダー（（株）栗本鐵工所）を用いて 60°C で捏和した後、ペレッターで成型した。

粉碎助剤として微粉状炭酸ナトリウム（粒径 15  $\mu\text{m}$ ）を 8.0 wt % 添加後、粉碎を行い、流動性改良剤とし

てゼオライト 2.0 wt % コーティングし、平均粒径 450  $\mu\text{m}$ 、嵩密度 0.81 g/cc の高嵩密度粒状洗剤を製造した。評価結果を表 5 に示す。

【O O 2 6】

【表 2】

表 2 : 捏和組成

(A) 成分:

$\alpha$ -SF + ノニオン濃縮物 (水分=4.2%)\*1 19.3wt%

(B) 成分:

炭酸カリウム 6.0wt%

炭酸ナトリウム 25.0wt%

粉体ゼオライト 36.7wt%

亜硫酸ナトリウム 1.5wt%

蛍光剤 0.5wt%

ノニオン\*2 1.0wt%

合 計 90.0wt%

\* 1)  $\alpha$ -SF :  $\alpha$ -スルホ脂肪酸 (C=16~18) メチルエステルナトリウム塩

ノニオン: 脂肪酸 (C=18) ポリオキシエチレンメチルエーテル (エチレンオキシドの平均付加モル数 EOP = 15) [配合量 2.0 wt %]

\* 2) ノニオン: 上記と同じ

【O O 2 7】 実施例 3

下記表 3 の組成を KRC ニーダー（（株）栗本鐵工所）を用いて 60°C で捏和した後、ペレッターで成型した。

粉碎助剤として微粉状炭酸ナトリウム（粒径 15  $\mu\text{m}$ ）を 8.0 wt % 添加後、粉碎を行い、流動性改良剤とし

てゼオライト 2.0 wt % コーティングし、平均粒径 480  $\mu\text{m}$ 、嵩密度 0.79 g/cc の高嵩密度粒状洗剤を製造した。評価結果を表 5 に示す。

【O O 2 8】

【表 3】

表 3 : 捏和組成

(A) 成分:

$\alpha$ -SF + ノニオン + 脂肪酸ナトリウム濃縮物 24.3wt%

(水分=5.2%)\*1

ノニオン\*2 (2.0wt%)

脂肪酸ナトリウム (C=10~18)	(4.5wt%)
(B) 成分	
炭酸カリウム	6.0wt%
炭酸ナトリウム	25.0wt%
粉体ゼオライト	31.7wt%
亜硫酸ナトリウム	1.5wt%
蛍光剤	0.5wt%
ノニオン*2	1.0wt%
合 計	90.0wt%

\* 1)  $\alpha$ -SF :  $\alpha$ -スルホ脂肪酸 (C=16~18) メチルエステルナトリウム塩

\* 2) ノニオン : ポリオキシエチレンアルキル (C=13) エーテル (エチレンオキシドの平均付加モル数 EOP = 25)

#### 【0029】比較例1

下記表4の組成をKRCニーダー ((株)栗本鐵工所)

を用いて60°Cで捏和した後、ペレッターで成型した。

粉碎助剤として微粉状炭酸ナトリウム (粒径 15  $\mu$ m)

を 8.0wt% 添加後、粉碎を行い、流動性改良剤とし

てゼオライト 2.0wt% コーティングし、平均粒径 490  $\mu$ m、嵩密度 0.80 g/cc の高嵩密度粒状洗剤を製造した。評価結果を表5に示す。

#### 【0030】

#### 【表4】

表4 : 捺和組成

(A) 成分	
$\alpha$ -SF + ノニオン濃縮物 (水分=11.5%)*1	19.8wt%
(B) 成分	
炭酸カリウム	6.0wt%
炭酸ナトリウム	25.0wt%
粉体ゼオライト	36.2wt%
亜硫酸ナトリウム	1.5wt%
蛍光剤	0.5wt%
ノニオン*2	1.0wt%
合 計	90.0wt%

\* 1)  $\alpha$ -SF :  $\alpha$ -スルホ脂肪酸 (C=16~18) メチルエステルナトリウム塩

ノニオン : ポリオキシエチレンアルキル (C=13) エーテル (エチレンオキシドの平均付加モル数 EOP = 25) [配合量 2.0wt%]

\* 2) ノニオン : 上記と同じ

#### 【0031】

#### 【表5】

表5 : 組成、性状および評価結果

	実 施 例			比較例
	1	2	3	1
<u>主組成 (wt%)</u>				
(A) 成分由来物:				
$\alpha$ -SF	18.0	17.3	17.8	17.8
ノニオン	—	2.0	2.0	2.0
脂肪酸塩	—	—	4.5	—
(B) 成分由来物:				
ノニオン	1.0	1.0	1.0	1.0
炭酸カリウム	6.0	6.0	6.0	6.0
炭酸ナトリウム	33.0	33.0	33.0	33.0
ゼオライト	40.0	38.7	31.7	38.2
その他	2.0	2.0	2.0	2.0

性状

平均粒径(μm)	450	450	480	490
嵩密度(g/cc)	0.80	0.81	0.79	0.80
安息角(°)	40	45	45	45
製造性(—)	良好	良好	良好	良好
品質				
粉体白度*1(b値)	2.4	2.6	2.9	5.8
溶解性*2(—)	10°C B 5°C B	A A~B	A~B	C
加水分解*3(—)	5	7	9	23

## \* 1) 粉体白度

上記性状品の24#パス(710μ)~42#オン(350μ)に粒度を調製して粉体白度(b値)を日本電色(株)製の測色色差計モデルZ-1001DPで測定した。

## \* 2) 溶解性(布付着)の評価方法

洗濯機(渦巻き型、反転型)を使用し、水道水及び濃色の木綿シャツを用いた。液量30L、浴比1:3、温度10°Cまたは5°Cの水道水に被洗布を浸した後、洗剤組成物を50gを振りかけ、その後5分間洗浄した。洗濯終了後、被洗布を1分間脱水した後、洗剤組成物の布への付着性を次の基準で評価した。

A: 付着物を認めない。

B: 付着物を極くわずかに認める。

C: 付着物を認める。

$$\text{加水分解增加率(%)} = (1\text{ヶ月後の加水分解率}) - (\text{製造直後の加水分解率}) \cdots (B)$$

## 【0034】実施例4

下記表6の組成をKRCニーダー(栗本鉄工所)を用いて55°Cで捏和した後、ペリッターで成型した。粉碎助剤として微粉状炭酸ナトリウムを8wt%添加後、粉碎を行いゼオライト2%でコーティングし平均粒径53

表6: 捺和組成

## (A) 成分

α-SF含有濃縮物(水分=9.2%)	16wt%
α-SF	: 13wt%
ノニオン	: 2wt%
硫酸カリウム	: 1wt%

## (B) 成分

炭酸カリウム	15wt%
炭酸ナトリウム	15wt%
粉体ゼオライト	23wt%
亜硫酸ナトリウム	2wt%
蛍光剤	0.5wt%
石鹼	8wt%
AOS	2wt%
ノニオン	0.5wt%
LAS	8wt%
合計	90wt%

上記組成物の品質の評価結果は以下の通りである。

## \* 3) 加水分解增加率の測定方法

アニオン界面活性剤量をメチレンブルー逆滴定によって求め、あらかじめ設定したアニオン界面活性剤の配合比率からα-スルホ脂肪酸ジ塩との合計量Mを求める。次に洗剤組成物をpH=11、50°Cの90%エタノール溶液で処理し、α-スルホ脂肪酸ジ塩を不溶物として分離し、メチレンブルー逆滴法によりジ塩の量をSを求める、数1の式(A)により加水分解率を算出する。

## 【0032】

$$【数1】 D = (S/M) \times 100\% \cdots (A)$$

上記の操作により、洗剤組成物の製造直後及び60°Cで1ヶ月間放置後の加水分解率を求め、次式(B)により加水分解增加率を算出する。

## 【0033】

## 【数2】

$$加水分解增加率(%) = (1\text{ヶ月後の加水分解率}) - (\text{製造直後の加水分解率}) \cdots (B)$$

0μm・嵩密度0.8g/ccの高嵩密度粒状洗剤を製造した。

## 【0035】

## 【表6】

粉体白度 : 2.6  
 溶解性 10°C : A  
 5°C : A~B  
 加水分解 : 8

## 【0036】実施例5

$\alpha$ -SF含有濃縮物を表7および表8に示す条件で濃縮を行った。フラッシュ蒸発は加熱管（佐久間製作所製）を用いて15%に濃縮した後に真空薄膜蒸発機（エクセバ：神鋼パッテック社）に導入してさらに濃縮を進めて4.2%の $\alpha$ -SF含有濃縮物を得た。上記表7および表8の $\alpha$ -SF含有濃縮物と（B）成分とをKRCニーダー（栗本鉄工所）を用いて52~54°Cで捏和した後、ペレッターで成型した。粉碎助剤として微粉状炭酸ナトリウムを8wt%添加後、粉碎を行いゼオライト2%でコーティングした。

## 【0037】実施例6

$\alpha$ -SF含有濃縮物を造る方法としては上記と同じ方法

表7 :

	実施例5	実施例6	比較例2
原料組成			
$\alpha$ -SF wt%	17.3	17.3	17.3
ノニオン wt%	3	3	3
その他の成分 wt%	(炭酸カリウム)1	(硫酸カリウム)1	(硫酸カリウム)1
原料水分 %	24.2	24.2	24.2
濃縮条件			
一段濃縮			
機種	フラッシュ蒸発機	フラッシュ蒸発機	
能力 kg/h	80	80	
温度 °C	140	140	なし
真空度 Torr	100	100	
装置サイズ*4 m <sup>2</sup> /lt	4~6	4~6	
一段濃縮水分	15	15	—
二段濃縮			
機種	薄膜蒸発機	薄膜蒸発機	薄膜蒸発機
温度 °C	120	120	120
真空度 Torr	100	100	100
周速 m/s	11	11	11
装置サイズ m <sup>2</sup> /lt	7~8	7~8	23~25
二段濃縮水分 %	4.2	4.6	4.5

\* 1) 直鎖アルキレンベンゼンスルホン酸 = 10wt%・ $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩 = 2wt%・石鹼 = 6wt%

\* 2) 直鎖アルキレンベンゼンスルホン酸 = 10wt%・ $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩 = 2wt%・石鹼 = 6wt%・ゼオライト = 18wt%

炭酸ナトリウム = 15wt%・炭酸カリウム = 4wt%・蛍光剤 = 0.5wt%  
 亜硫酸ナトリウム = 1.5wt% (シード品水分 = 5% 嵩密度 = 0.3g/cc)

\* 3) 溶解性テストの水温は5°Cの水道水で行った。

\* 4)  $\alpha$ -SF含有濃縮物を1t造るときに必要な伝熱面積

【表8】

表8 :

とした。上記表7および表8のSF含有濃縮物と（B）成分とをKRCニーダー（栗本鉄工所）を用いたて50~55°Cで捏和した後、ペレッターで成型した。粉碎助剤として微粉状炭酸ナトリウムを8wt%添加後、粉碎を行いゼオライト2%でコーティングした。

## 【0038】比較例2

$\alpha$ -SF含有水溶液を薄膜蒸発機のみで濃縮を行った。上記表7および表8のSF含有濃縮物と（B）成分とをKRCニーダー（栗本鉄工所）を用いて50~55°Cで捏和した後、ペレッターで成型した。粉碎助剤として微粉状炭酸ナトリウムを8wt%添加後、粉碎を行いゼオライト2%でコーティングした。以上の表7および表8実施例及び比較例から一段濃縮を行うことで装置規模をコンパクトにすることが出来ることが判る。

## 【0039】

【表7】

【0040】

	実施例5	実施例6	比較例2
$\alpha$ -SF含有濃縮物組成 wt%	21.3	21.3	21.3
B成分組成			
炭酸カリウム wt%	10	5	5
炭酸ナトリウム wt%	24.7	10.7	10.7
ゼオライト wt%	21	6	6
その他 wt%	5	—	—
他の活性剤*1 wt%	18	—	—
噴霧乾燥品*2 wt%	—	57	57
性状			
平均粒径 $\mu\text{m}$	450	500	490
嵩密度 g/cc	0.81	0.80	0.80
安息角 °	45	40	40
品質			
粉体白度 b値	1.9	1.8	1.8
溶解性(10°C)	A	A	A
*3( 5°C)	A ~ B	A	A
加水分解 %	7	9	9

\* 1) 直鎖アルキレンベンゼンスルホン酸=10 wt%・ $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩=2 wt%・石鹼=6 wt%

\* 2) 直鎖アルキレンベンゼンスルホン酸=10 wt%・ $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩=2 wt%・石鹼=6 wt%・ゼオライト=18 wt%

炭酸ナトリウム=15 wt%・炭酸カリウム=4 wt%・蛍光剤=0.5 wt%  
亜硫酸ナトリウム=1.5 wt% (シード品水分=5% 嵩密度=0.3 g/ $\text{cc}$ )

\* 3) 溶解性テストの水温は5°Cの水道水で行った。

\* 4)  $\alpha$ -SF含有濃縮物を1 t 造るときに必要な伝熱面積

---

### フロントページの続き

(72) 発明者 久保 知己

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ  
ン株式会社内